

DERWENT-ACC-NO: 1983-805043

DERWENT-WEEK: 198344

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: **Transparent alumina sintered body - contg. aluminium nitride**

----- KWIC -----

Basic Abstract Text - ABTX (1):

Sintered body is of **transparent alumina** made from **Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** contg. at least 0.05-5.0 wt.% AlN. Body is made from powdery raw materials comprising **Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** and AlN having not larger than 1 **micron particle size**.

Basic Abstract Text - ABTX (2):

**Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** powder and AlN powder are mixed and moulded and then the moulded body is sintered primarily by heating at 1500-1700 deg.C for 2-3 hrs. in an Ar atmos. contg. 5-15 vol.% O<sub>2</sub> and secondarily by heating at 1850-2000 deg.C for 2-4 hrs.

Basic Abstract Text - ABTX (3):

**Transparent** sintered body of **alumina** having 80-96% (at 1mm thick) light transmissivity, 3.97-4.00 g/cm<sup>3</sup> density and 2200-2800 kg/mm<sup>2</sup> (under 100 g of load) of Vickers hardness is prep'd., useful for watch crystals.

Title - TIX (1):

**Transparent alumina sintered body - contg. aluminium nitride**

Standard Title Terms - TTX (1):

**TRANSPARENT ALUMINA SINTER BODY CONTAIN ALUMINIUM NITRIDE**

⑯ 日本国特許庁 (JP)  
⑰ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開  
昭58—161968

⑮ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 04 B 35/10

識別記号

厅内整理番号  
6375—4G

⑯ 公開 昭和58年(1983)9月26日

発明の数 2  
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑯ 透明アルミナ焼結体およびその製造方法

号株式会社第二精工舎内

⑰ 特 願 昭57—43791

⑮ 出願人 株式会社第二精工舎

⑰ 出願 昭57(1982)3月19日

東京都江東区亀戸6丁目31番1  
号

⑰ 発明者 岩城忠雄

⑯ 代理人 弁理士 最上務

東京都江東区亀戸6丁目31番1

### 明細書

#### 発明の名称

透明アルミナ焼結体およびその製造方法

#### 特許請求の範囲

- (1) △<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>を主成分とし添加剤として△<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を少なくとも0.05～5.0重量パーセント含むことを特徴とする透明アルミナ焼結体。
- (2) △<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>原料粉末粒度および△<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>原料粉末粒度が1ミクロン以下であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の透明アルミナ焼結体。
- (3) △<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>粉末に△<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末を加え通常のセラミックの製法に従って混合・成形した原料を融窯を5～15体積%含むアルゴン雰囲気中において1500～1700℃で2～5時間一次焼結した後1850～2000℃で2～4時間二次焼結したことを特徴とする透明アルミナ焼結体の製造方法。

(4) △<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>粉末に△<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末を加え通常のセラミックの製法に従って混合・成形した原料を支撑するルツボ材料として△<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を用いたことを特徴とする特許請求の範囲第3項記載の透明アルミナ焼結体の製造方法。

#### 発明の詳細な説明

本発明は△<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を添加剤として加えたことを特徴とする透明アルミナ焼結体およびその製造方法に関する。

従来より透明アルミナ焼結体は△<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>を主成分とし添加剤としてはMgOあるいはLa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>やY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などの各種酸化物を1～5重量パーセント含有するものからなりたっており、その製造方法は△<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>主成分粉末に上記添加剤酸化物を加え通常のセラミックの製造法に従って混合・成形した後真空中あるいは水素雰囲気中あるいは大気中で一次焼結および二次焼結を行なうものである。一次焼結温度は1500～1700℃、二次焼結温度は1600～1950℃なることが多い。

く、得られる透明アルミナ焼結体の全光透過率は70~90%程度であり、焼結密度は595~598g/cm<sup>3</sup>程度であり、特に従来の透明アルミナを見ばえを重視する時計用のカバーガラスとして使用するのには全光透過率が十分とはいえないかった。

本発明による透明アルミナ焼結体は添加剤としてAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を用い、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>をAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>主成分と通常のセラミックの製造方法に従って混合・成形した原料を酸素を5~15体積%含むアルゴン雰囲気中において1500~1700℃で2~3時間一次焼結した後1850~2000℃で2~5時間二次焼結することにより、全光透過率80~96%，焼結密度597~4000g/cm<sup>3</sup>の透明アルミナ焼結体が得られ、従来の透明アルミナに比べ全光透過率、焼結密度ともに優れたものとなった。特に全光透過率については90%以上のものが比較的容易に製造できるようになったことにより時計用カバーガラスとして透明アルミナ焼結体を使用することが可能になった。

純度のアルゴンガスを流して1450℃, 1500℃, 1550℃, 1600℃, 1650℃, 1700℃, 1750℃, 1800℃で2時間それぞれ一次焼結した後、各原料焼結体を再び1800℃, 1850℃, 1900℃, 1950℃, 2000℃の各温度で2時間二次焼結したものを1mm厚さにして全光透過率を測定したところ、第2図(a), (b), (c), (d), (e), (f), (g), (h), (i), (j)に示すようなグラフを得、それぞれ順にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末を0.2重量%, 0.5重量%, 1.1重量%, 1.5重量%, 3.0重量%, 5.0重量%, 7.0重量%, 10.0重量%含む本発明のアルミナ焼結体についての一次焼結温度、二次焼結温度と1mm厚試料の全光透過率の関係について示したものであり、第2図中の各図における番号1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8はそれぞれ順に一次焼結温度1450℃, 1500℃, 1550℃, 1600℃, 1650℃, 1700℃, 1750℃, 1800℃の場合の測定値を示す曲線をあらわしている。第2図から

本発明による透明アルミナ焼結体および製造方法の実施例を図面を参照して以下説明していく。第1図は本発明による透明アルミナ焼結体を製造するための製造装置の断面図であり、1はジルコニア耐火物、2はジルコニア筒、3は発熱体、4はアルミルツボ、5は本発明による透明アルミナ焼結体原料の成形体、6は炉壁、7はジルコニア製ルツボ支持軸、8はジルコニア管である。

発明者らは市販の99.9%の純度のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末に市販の98.5%の純度のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末をそれぞれ0.2重量%, 0.5重量%, 1.1重量%, 1.5重量%, 3.0重量%, 5.0重量%, 7.0重量%, 10.0重量%添加剤として加え通常のセラミックの製造方法に従つて混合・成形したものをAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ルツボ4中に第1図の5に示すように炉に設定した。次に上記に示した各原料成形体についてジルコニア筒2と炉壁6の間に99.9%の純度のアルゴンガスを流しながら同時にジルコニア管8を通して99.9%の純度の酸素ガスを15体積%含む99.9%の

、本発明による透明アルミナ焼結体への添加剤としてのAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末の量を0.5~5.0重量%，一次焼結温度を1500~1700℃，二次焼結温度を1850~2000℃とした。また本発明における透明アルミナ焼結体の製造に用いるルツボ材としてアルミナ，ジルコニア，SiO<sub>2</sub>，イリジウムを用いた場合、アルミナは二次焼結時に原料成形体と接着し、ジルコニア，SiO<sub>2</sub>，イリジウムを用いると原料焼結体におけるルツボとの接触面が透光性を持たなくなつた。しかしAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ルツボは原料成形体と接着することなく原料焼結体の透光性も失なうことなく焼結できたため、本発明における透明アルミナ焼結体の製造方法においてはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ルツボを用いた。

次に一次焼結処理時間、二次焼結処理時間、焼結雰囲気中の酸素濃度の条件をつかむため、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量3.0重量%の原料成形体を用いて1600℃の一次焼結温度での焼結時間を1時間、2時間、3時間、4時間、5時間ととり、1900℃の二次焼結温度での焼結時間を1時間、2時間、

3時間、4時間とどり、さらに各々一次焼結、二次焼結に対する焼結雰囲気中の酸素ガス濃度を0体積%、5体積%，10体積%，15体積%，20体積%として得られた本発明によるアルミナ焼結体の1mm厚試料の全光透過率を調べたところ、第3図(a), (b), (c), (d), (e)に示すようなグラフが得られた。第3図(e), (f), (g), (h), (i), (j)はそれぞれ順に一次焼結時間が1時間、2時間、3時間、4時間、5時間における二次焼結時間と焼結後の1mm厚試料の全光透過率の関係を示し、番号1, 2, 3, 4, 5はそれぞれ順に焼結雰囲気の酸素ガス濃度が0体積%，5体積%，10体積%，20体積%の場合の測定値を示す曲線を表している。第3図から本発明による透明アルミナ焼結体の一次焼結時間は2~3時間、二次焼結時間は2~4時間、焼結雰囲気中の酸素ガス濃度は5~15体積%とした。

また、本発明による透明アルミナ焼結体の△と○原料粉末粒度および△と○原料粉末粒度は

合原料粉末粒度として1μm以下のものを用いて従来のセラミックの製造法に従って混合成形し酸素を5~15体積%含むアルゴン雰囲気中で△と○ルツボを用います1500~1700℃で2~3時間1次焼結し次に1850~2000℃で2~4時間二次焼結することにより全光透過率80~96%，焼結密度3.97~4.00g/cm<sup>3</sup>、10.9荷重でのピッカース硬度2200~2800kg/cm<sup>2</sup>の光学的性質および機械的性質において従来の透明アルミナ焼結体よりも優れた透明アルミナ焼結体が得られ従来透明アルミナ焼結体が使用できなかつた時計用カバーガラスとして使用できる透明アルミナ焼結体が得られた。

#### 図面の簡単な説明

第1図は本発明による透明アルミナ焼結体を製造するための製造装置の断面図であり、1はジルコニア耐火物、2はジルコニア管、3は発熱体、4は△と○ルツボ、5は本発明による透明アルミナ焼結体原料の成形体、6は炉壁、7はジルコニア

1μm、0.5μmのものを焼結して製造したが△と○原料粉末粒度もしくは△と○原料粉末粒度が3μm、5μmとした場合は△と○原料粉末粒度が1μm、0.5μmとした場合に比べて二次焼結後の全光透過率がそれぞれ20~40%悪くなる。すなわち△と○原料粉末粒度および△と○原料粉末粒度は1μm以下が好ましいことがわかつた。

さらに発明者らは特許請求の範囲第1項および第2項および第3項および第4項に従って製造した透明アルミナ焼結体の焼結密度、荷重100gにおけるピッカース硬度を測定したところ、焼結密度は3.97~4.00g/cm<sup>3</sup>、ピッカース硬度2200~2800kg/cm<sup>2</sup>を得、本発明による透明アルミナ焼結体は従来の透明アルミナ焼結体に比べ機械的性質の点においても優れた特性を有していることがわかつた。

以上述べたように本発明による透明アルミナ焼結体は△と○主成分に添加剤として△と○を少くとも0.5~5.0重量パーセント含ませ、混

合原料粉末粒度として1μm以下のものを用いて

ア調ルツボ支持軸、8はジルコニア管である。  
第2図(e), (f), (g), (h), (i), (j)はそれぞれ順に△と○粉末を0.2重量%，0.5重量%，0.1重量%，1.5重量%，5.0重量%，5.0重量%，2.0重量%，1.00重量%含む本発明のアルミナ焼結体についての一次焼結温度、二次焼結温度と1mm厚試料の全光透過率の関係について示したグラフであり、第2図中の各図における番号1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8はそれぞれ順に一次焼結温度1450℃, 1500℃, 1550℃, 1600℃, 1650℃, 1700℃, 1750℃, 1800℃の場合の測定値を示す曲線をあらわしている。

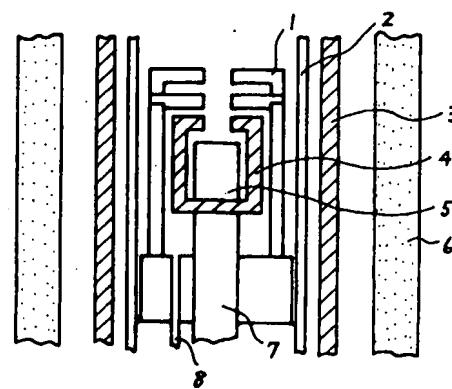
第3図(e), (f), (g), (h), (i), (j)は本発明による透明アルミナ焼結体においてそれぞれ順に一次焼結時間が1時間、2時間、3時間、4時間、5時間における二次焼結時間と焼結後の1mm厚試料の全光透過率の関係を示すグラフであり、番号1, 2, 3, 4, 5はそれぞれ順に

焼結界囲気の酸素ガス濃度が 0 体積%、5 体積%、  
10 体積%、15 体積%、20 体積% の場合  
の測定値を示す曲線をあらわしている。

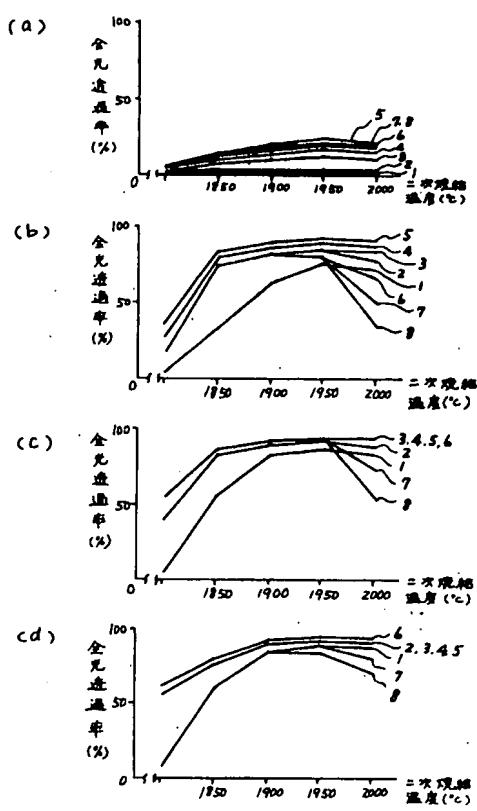
第 1 図

以 上

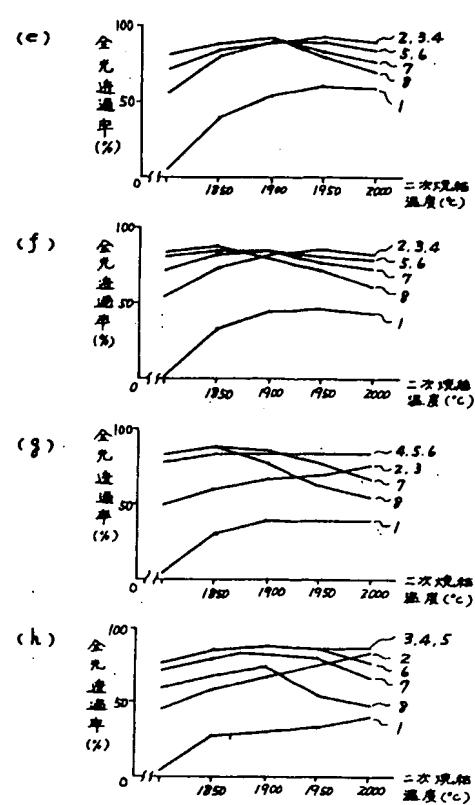
出願人 株式会社第二精工合  
代理人 弁理士 最上



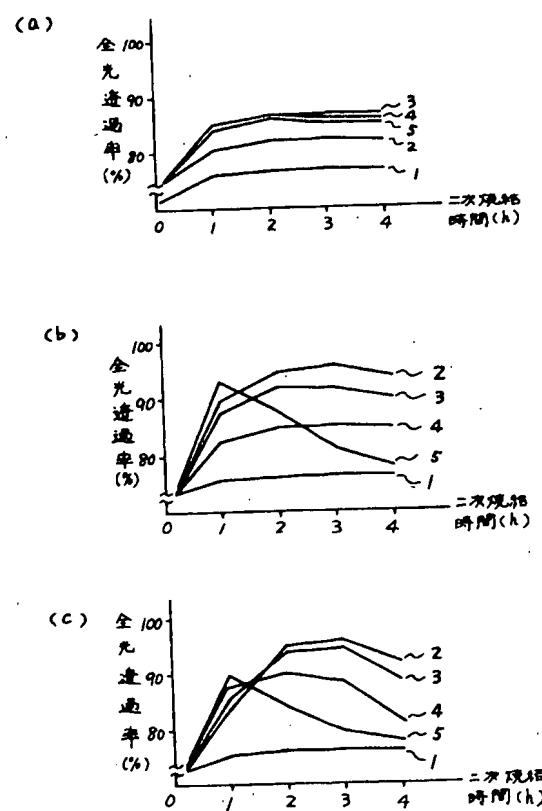
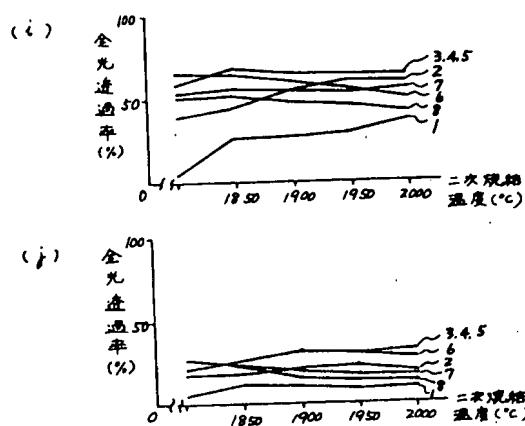
第 2 図



第 2 図



第2図



第3図

